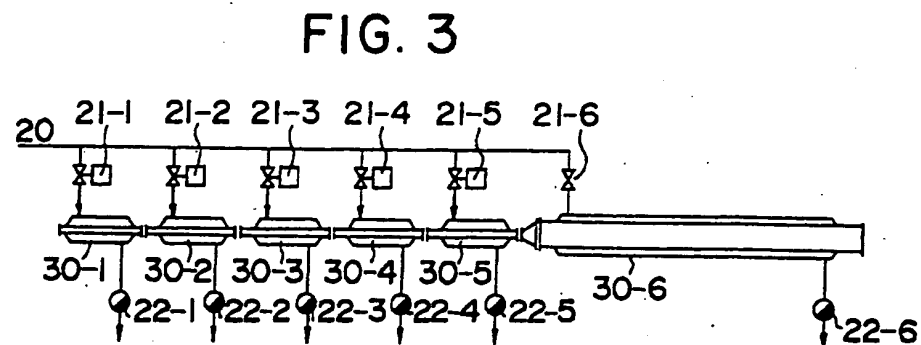
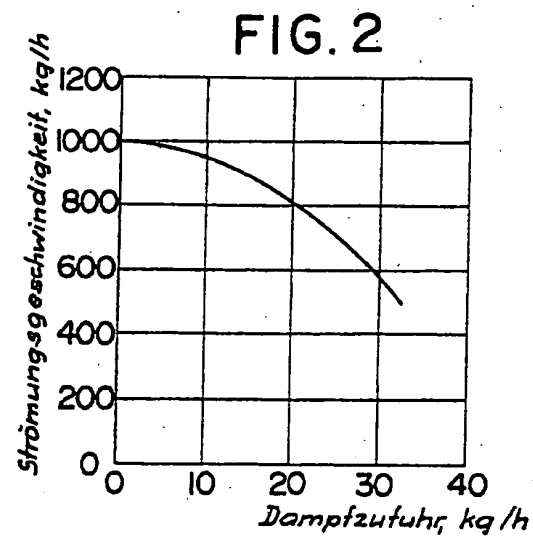
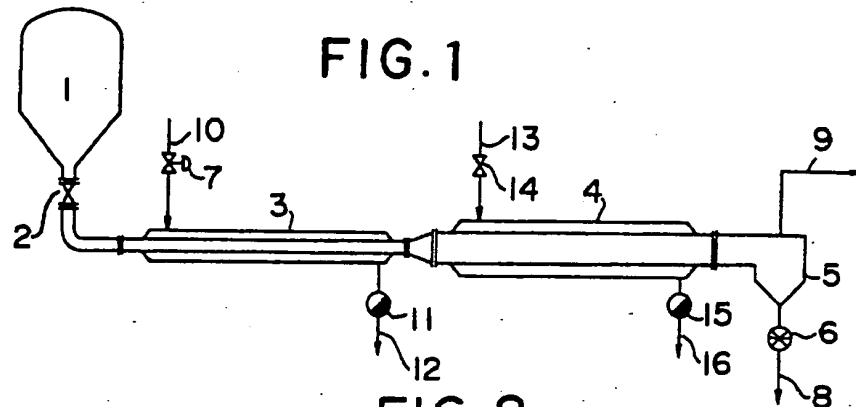


AN 1980:23521 HCAPLGS
 DN 92:23521
 TI Treatment of a polymer suspension
 PA Mitsui Toatsu Chemicals, Inc., Japan
 SO Austrian, 11 pp.
 CODEN: AUXXAK
 DT Patent
 LA German
 IC COBF-006/28
 CC 36-3 (Plastics Manufacture and Processing)
 FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	AT----353479	B	19791112		
	AT----7802473	A	19790415	1978AT-0002473	19780407
AB	A polymer suspension, e.g., of polypropylene [9003-07-0] in propylene or polyethylene [9002-38-4] in isobutane, is passed continuously through a first heating zone, a 2nd heating zone which is larger than the 1st heating zone, and a separation zone to sep. solid polymer particles from the vaporized diluent. The continuous method eliminates the disadvantages associated with intermittent addition of polymer suspension to the heating zones.				
ST	polypropylene sepn diluent evapn; polyethylene sepn diluent evapn; polyolefin sepn diluent evapn; suspension polyolefin evapn diluent				
IT	Polymerization (suspension, of olefins, with separation of diluent from polymer by continuous evaporation)				
IT	9002-88-4 9003-07-0				
	RL: USES (Uses) (separation of diluent from, continuous, by evaporation)				





ÖSTERREICHISCHES
PATENTAMT

⑤② Klasse: 39 B 012
⑤① Int.Cl.²: C08F 006/28

⑬ AT PATENTSCHRIFT

⑪ Nr. 353 479

⑦③ Patentinhaber: MITSUI TOATSU CHEMICALS, INCORPORATED
TOKIO JAPAN

⑤④ Gegenstand: VERFAHREN ZUR AUFARBEITUNG EINER POLYMER-
AUF-SCHLÄMMUNG

⑥① Zusatz zu Patent Nr.
⑥② Ausscheidung aus:
②② ②① Angemeldet am: 1978 04 07, 2473/78
②③ Ausstellungspriorität:

③③ ③② ③① Unionspriorität:

④② Beginn der Patentdauer: 1979 04 15
Längste mögliche Dauer:
④⑤ Ausgegeben am: 1979 11 12
⑦② Erfinder:

⑥⑦ Abhängigkeit:

⑤⑤ Druckschriften, die zur Abgrenzung vom Stand der Technik in Betracht gezogen wurden:

AT 353 479

Die Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur Aufarbeitung von Polymeraufschlämmungen und insbesondere ein Verfahren zur kontinuierlichen Aufarbeitung einer fluiden Aufschlämmung, bestehend aus festen Polymerteilchen und einem Verdünnungsmittel, bei welchem die unter Druck gehaltene Polymeraufschlämmung kontinuierlich und mit geregelter Strömungsgeschwindigkeit durch zwei Heizzonen geführt wird, um das Verdünnungsmittel abzdampfen und anschließend in eine Trennzone eingebracht wird, um die festen Polymerteilchen von dem verdampften Verdünnungsmittel zu trennen.

Es wurde bereits vorgeschlagen (US-PS Nr. 3,285,899 und Nr. 3,428,619) eine Polymeraufschlämmung durch ein Verdampfungsrohr zu führen, das zur Abtrennung der festen Polymerteilchen von dem Verdünnungsmittel geeignet ist.

10 Im einzelnen betrifft die US-PS Nr. 2,385,899 ein Verfahren zur Aufarbeitung einer Polymeraufschlämmung, bestehend aus festem Polyolefin und einem Verdünnungsmittel, bei welchem die unter Druck stehende Polymeraufschlämmung in eine abgeschlossene Heizzone von niedrigem Druck und mit allmählich zunehmenden Querschnittsflächen eingebracht wird, um das Verdünnungsmittel von der Polymeraufschlämmung abzdampfen. Die so erhaltene Dispersion von im wesentlichen getrockneten Polyolefinteilchen 15 im Dampf des Verdünnungsmittels wird dann so behandelt, daß das feste Polyolefin isoliert wird.

Aus der Beschreibung des Beispiels der US-PS Nr. 3,285,899 ergibt sich klar, daß die Strömungsgeschwindigkeit der in die Heizzone eingebrachten Polyolefinaufschlämmung mit Hilfe eines intermittierend betätigten Ventils geregelt wird, das unmittelbar stromaufwärts von der Heizzone angeordnet ist. Die Polyolefinaufschlämmung wird jedoch intermittierend in die Heizzone eingebracht, weil das obgenannte Ventil 20 auf Grund der Auf-Zu-Stellung einer zeitkontrollierenden Schalt-Einrichtung geregelt wird. Infolge dieser intermittierenden Einbringung neigen der Druck und die Strömungsgeschwindigkeit des aus der Heizzone austretenden Stromes unterhalb des Ventils dazu, beträchtlich zu pulsieren.

Die US-PS Nr. 3,428,619 betrifft Verbesserungen bei einem ähnlichen Verfahren zur Aufarbeitung einer Polymeraufschlämmung. Auch bei diesem Verfahren wird die Polymeraufschlämmung in eine Heizzone mit- 25 tels einer intermittierend betätigten Ventils eingebracht, wobei der Zustrom der Polymeraufschlämmung dadurch geregelt wird, daß die Zeitabstände zwischen den Auf- und Zu-Stellungen variiert werden. Demgemäß neigen auch hier der Druck und die Strömungsgeschwindigkeit des aus der Heizzone austretenden Stromes unterhalb des Ventils dazu, zeitmäßig stark zu pulsieren.

Wird die Aufarbeitung von Polymeraufschlämmungen im industriellen technischen Maßstab durchgeführt, 30 so ergeben sich aus dem obgenannten, starken Pulsieren des die Heizzone verlassenden Stromes die folgenden Nachteile.

Da erstens der Dampf des von den festen Polymerteilchen abgetrennten Verdünnungsmittels gekühlt und dann zwecks Verflüssigung komprimiert wird, ist ein sehr großer Beruhigungsbehälter erforderlich, um die Auswirkungen des obgenannten Pulsierens auf ein Minimum zu halten und den Kompressor gleichmäßig 35 zu belasten.

Zweitens kann das intermittierend betätigte Ventil zum Regeln der Strömungsgeschwindigkeit leicht beschädigt werden, weil es sich mit hoher Frequenz öffnet und schließt und weil ein großer Unterschied zwischen den Drücken stromaufwärts und stromabwärts vom Ventil besteht.

Außerdem schmelzen, während das Ventil geschlossen ist, die mit dem Verdünnungsmittel aufgequollen, abgelagerten festen Polymerteilchen auf der Innenwand der Heizzone, die somit eine Neigung zum Verstopfen aufweist. Diese Neigung nimmt besonders dann zu, wenn Copolymeren von niedrigem Erweichungs- 40 punkt behandelt werden.

Da drittens die Polymeraufschlämmung der Heizzone intermittierend zugeführt wird, wird die Zone nur während eines Bruchteiles der Zeit mit Aufschlämmung beladen, so daß eine sehr große Vorrichtung erforderlich 45 ist.

Ein Ziel der Erfindung liegt daher in der Schaffung eines Verfahrens zur kontinuierlichen Aufarbeitung von Polymeraufschlämmungen.

Ein weiteres Ziel der Erfindung liegt in der Schaffung eines Verfahrens für die nicht pulsierende Aufarbeitung einer Polymeraufschlämmung, bei welchem die Strömungsgeschwindigkeit der kontinuierlich in 50 eine Heizzone eingebrachten Aufschlämmung indirekt geregelt wird, ohne daß ein intermittierend betätigtes Ventil im Strom der Aufschlämmung angebracht werden muß.

Ein zusätzliches Ziel der Erfindung liegt in der Schaffung eines Verfahrens für die kontinuierliche Aufarbeitung einer Polymeraufschlämmung, die leicht und mit einer kleinen Vorrichtung erfolgt, und ohne daß eine Verstopfung in der Heizzone auftritt.

55 Diese und weitere Ziele, Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der folgenden kurzen Beschreibung der erfindungsgemäßen Verbesserung gegenüber dem Stande der Technik.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Aufarbeitung einer Polymeraufschlämmung, bestehend aus festen Polymerteilchen und wenigstens einem Verdünnungsmittel aus einer inerte Kohlenwasserstoffe und inerte halogenierte Kohlenwasserstoffe umfassenden Gruppe, wird die Polymeraufschlämmung, die auf einem

genügend hohen, überatmosphärischen Druck gehalten wird, um das Verdünnungsmittel im flüssigen Zustand zu erhalten, nacheinander durch eine erste, langgestreckte Heizzone von relativ kleinem Durchmesser und eine zweite, langgestreckte Heizzone von größerem Durchmesser als jenem der ersten Heizzone geführt. Sowohl die erste als auch die zweite Heizzone werden mit Dämpfen eines Heizmediums oder mit Wasserdampf erhitzt, um das Verdünnungsmittel zu einem Trägerdampf zu verdampfen, der die erhaltenen Polymerteilchen weiter befördert. Das Gemisch aus dem Dampf des Verdünnungsmittels und getrockneten, festen Polymerteilchen wird in eine Trennzone geleitet, um die festen Polymerteilchen von dem Verdünnungsmittel abzutrennen. Die erfindungsgemäß vorgesehene Verbesserung besteht nun darin, daß die Polymeraufschlammung kontinuierlich in die erste Heizzone eingebracht wird und daß die Strömungsgeschwindigkeit der durch diese erste Heizzone strömenden Polymeraufschlammung dadurch geregelt wird, daß die der ersten Heizzone durch das Heizmedium oder den Wasserdampf zugeführte Wärmemenge reguliert wird.

Die angeschlossenen Zeichnungen geben zwei Ausführungsbeispiele der Erfindung wieder, u. zw. zeigt Fig. 1 ein Strömungsschema für eine erste Ausführungsform der Erfindung, das schematisch eine zur Durchführung dieser Ausführungsform geeignete Vorrichtung erläutert; Fig. 2 eine Kurve, die die Beziehung zwischen der der Polymeraufschlammung in der ersten Heizzone zugeführten Wärmemenge und der Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung bei Verwendung der Vorrichtung nach Fig. 1 aufzeigt; Fig. 3 ein teilweises Strömungsschema einer zweiten Ausführungsform der Erfindung, wobei eine erste Heizzone dargestellt ist, die in eine Vielzahl von getrennten Heiz-Subzonen aufgeteilt ist, wobei auch eine zweite Heizzone dargestellt ist.

Beispiele von festen Polymerteilchen, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt werden können, sind ein teilchenförmiges Homopolymeres oder Copolymeres von Mono-1-olefin(en) mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen, wie Polyäthyl, Polypropylen, Polybuten od. dgl.; ein teilchenförmiges Polyvinylchlorid; und ein teilchenförmiges Copolymeres von Mono-1-olefin(en) und Vinylchlorid.

Verdünnungsmittel, die zum Suspendieren der festen Polymerteilchen verwendet werden können, können ein beliebiges, inertes Kohlenwasserstoff oder inertes halogeniertes Kohlenwasserstoff sein, der flüssig bleibt, wenn er unter Druck gehalten wird und der bei etwa Atmosphärendruck und etwa 20°C gasförmig wird. Beispiele derartiger Verdünnungsmittel sind Propan, Propylen, Butan, Buten, Vinylchlorid und Methylchlorid.

Die Polymeraufschlammung, die in einem Aufschlammungsbehälter bei genügendem Druck gehalten wird, um das Verdünnungsmittel im flüssigen Zustand zu erhalten, wird dann in eine Heizzone geleitet und anschließend in eine Trennzone eingebracht, die im wesentlichen auf Atmosphärendruck gehalten wird. Die Heizzone umfaßt eine erste, langgestreckte Heizzone von relativ kleinem Durchmesser und eine zweite, langgestreckte Heizzone von größerem Durchmesser als jenem der ersten Heizzone, wobei sowohl die erste als auch die zweite Heizzone vorzugsweise mit Wasserdampf beheizt werden. Zwischen dem Aufschlammungsbehälter und der ersten Heizzone ist ein Abfläventil installiert. Dieses Ventil wird während des gesamten Vorganges der Aufarbeitung der Aufschlammung voll offen gehalten. Demgemäß wird die Polymeraufschlammung kontinuierlich von dem Aufschlammungsbehälter in die erste Heizzone geleitet.

Im allgemeinen treten bei der technischen Produktion auf Basis von kontinuierlichen Verfahren Variationen im Ausstoß auf (die auf Schwankungen in der Beladung zurückzuführen sind). Es ist daher erwünscht, daß bei jedem Beladungsfaktor zwischen 50 und 100% jede Verfahrensstufe kontinuierlich durchgeführt wird.

Das Ziel der Erfindung ist insbesondere auf die Regelung der Strömungsgeschwindigkeit gerichtet, mit der die Polymeraufschlammung vom Aufschlammungsbehälter in die erste Heizzone geleitet wird. Im Zusammenhang mit der Strömung von fluiden Medien wurden Kontrollventile von jenem Typus, der zur Erzielung des für eine Regelung der Strömungsgeschwindigkeit erforderlichen Druckabfalles kontinuierlich gedrosselt werden kann, in großem Umfang angewendet.

Im Falle einer Aufschlammung kann jedoch zur Gewährleistung eines wesentlichen Druckabfalles keine Drosselung angewendet werden, weil vorstehende Teile im Strömungsweg infolge der dicken Ablagerung von festen Teilchen dazu neigen, Verstopfungen zu verursachen. Die Erfindung sieht eine neue Regelungsmethode vor, welche an Stelle der Verwendung eines die Strömung regelnden Ventils auf den folgenden grundlegenden Erkenntnissen beruht:

1. Das Verhältnis von Dampf zu Flüssigkeit an verschiedenen Punkten im Strömungsweg einer Polymeraufschlammung kann dadurch geregelt werden, daß man die Erwärmungsbedingungen längs des Strömungsweges modifiziert.
2. Ist die Massengeschwindigkeit fixiert, so variiert der Druckabfall über einen Abschnitt bestimmter Länge innerhalb weiter Grenzen, u. zw. je nach dem Verhältnis von Dampf zu Flüssigkeit.
3. Demgemäß kann die Strömungsgeschwindigkeit der durch einen bestimmten Abschnitt strömenden Polymeraufschlammung, wobei über diesen Abschnitt eine gegebene Druckdifferenz herrscht, dadurch geregelt werden, daß man die Erwärmungsbedingungen und demzufolge die Verdampfungsgeschwindigkeit des Verdünnungsmittels längs des Strömungsweges modifiziert; und

4. Es sollte eine Wärmeübertragung aus der Kondensation von Dampf wie Wasserdampf, der einen hohen Wärmeübertragungskoeffizienten aufweist, angewendet werden, um Wärme auf ein mit hoher Geschwindigkeit strömendes Fluid zu übertragen.

Für das erfindungsgemäße Verfahren werden die obgenannten grundlegenden Erkenntnisse in der nachstehend beschriebenen Weise genutzt. Die in die erste Heizzone eingebrachte Polymeraufschlämmung wird zur Verdampfung des Verdünnungsmittels mit Wasserdampf erhitzt. Das Verhältnis des verdampften Verdünnungsmittels zur restlichen Flüssigkeit in der ersten Heizzone wird durch Regelung der der Polymeraufschlämmung zugeführten Wärmemenge kontrolliert. Die der Polymeraufschlämmung zugeführte Wärmemenge wird entweder dadurch geregelt, daß man

- 10 1. die Temperatur des Heizmediums oder des Wasserdampfes in der ersten Heizzone variiert,
2. Die Strömungsgeschwindigkeit des Heizmediums oder des Wasserdampfes in der ersten Heizzone variiert, oder
3. die erste Heizzone auf mindestens zwei getrennte Heiz-Subzonen von gleichem Durchmesser aufteilt und eine gewünschte Anzahl von getrennten Heiz-Subzonen mit dem Heizmedium oder mit dem Wasserdampf beschickt, um die Wärmeübertragungsoberfläche zu variieren. Das Verhältnis von Dampf zu Flüssigkeit in der ersten Heizzone ändert sich proportional zu der der Polymeraufschlämmung zugeführten Wärmemenge. Bei einer feststehenden Massengeschwindigkeit zeigt Dampf einen viel größeren Druckverlust als Flüssigkeit, so daß der Druckabfall zwischen dem Einlaß und dem Auslaß der Heizzone innerhalb weiter Grenzen, je nach der der Polymeraufschlämmung zugeführten Wärmemenge, variiert. Demzufolge ändert sich auch die Strömungsgeschwindigkeit der durch die erste Heizzone strömenden Polymeraufschlämmung. Die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlämmung kann je nachdem, ob die der ersten Heizzone zugeführte Wärmemenge erhöht oder vermindert wird, ebenfalls erhöht oder vermindert werden.

Der aus der ersten Heizzone austretende Strom wird dann in eine zweite Heizzone eingeführt. In der zweiten Heizzone wird das restliche flüssige Verdünnungsmittel verdampft und das Verdünnungsmittel in der Dampfphase gehalten. Demgemäß wird die zweite Heizzone stets mit Wasserdampf erhitzt.

Während die Polymeraufschlämmung durch die erste und zweite Heizzone geführt wird, wird im wesentlichen das gesamte flüssige Verdünnungsmittel in der Polymeraufschlämmung verdampft. Der so erhaltene, mit hoher Geschwindigkeit fließende Strom aus Dampf des Verdünnungsmittels hält die festen Polymerteilchen in einem gleichförmig suspendierten Zustand und trägt sie in die Trennzone, wo das getrocknete feste Polymere, das im wesentlichen frei von Verdünnungsmittel ist, von dem Dampf des Verdünnungsmittels abgetrennt wird.

Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren angewendeten Heizzonen bestehen vorzugsweise aus Rohren mit einem Dampfmantel. Das Verhältnis des Durchmessers der ersten Heizzone zu jenem der zweiten Heizzone liegt vorteilhaft in einem Bereich von 1 : 1,2 bis 1 : 3. Haben beide Heizzonen den gleichen Durchmesser, so kann die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlämmung unter Umständen nicht auf befriedigende Weise geregelt werden. Vorzugsweise beträgt der Durchmesser der ersten Heizzone nicht weniger als etwa 0,6 cm. Der Fachmann kann im Hinblick auf die zu behandelnde Menge an Polymeraufschlämmung und auf andere Bedingungen den optimalen Durchmesser ohne Schwierigkeit richtig bestimmen.

Um die getrennten, festen Polymerteilchen in gut getrocknetem Zustand zu halten, wird die Länge jeder Heizzone vorteilhaft so bestimmt, daß sie in etwa ihrem Durchmesser proportional ist. Für jede der beiden ersten Heizzonen liegt das Verhältnis von Durchmesser zu Länge vorzugsweise in einem Bereich von 1 : 400 bis 1 : 6000. Ist das Verhältnis zu hoch, dann kann sich die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlämmung nicht mehr in befriedigender Weise regeln lassen. Ist das Verhältnis hingegen zu niedrig, so kann es vorkommen, daß die getrennten, festen Polymerteilchen nicht richtig getrocknet werden.

Vorzugsweise liegt die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlämmung am Einlaß der ersten Heizzone in einem Bereich von 3 bis 20 m/s, und die Strömungsgeschwindigkeit des Gemisches aus Polymeren und Verdünnungsmittel am Auslaß der zweiten Heizzone in einem Bereich von 14 bis 150 m/s.

Vorzugsweise liegt der Druck in dem Behälter mit der Aufschlämmung in einem Bereich von 10 bis 30 bar und der Druck am Einlaß der ersten Heizzone in einem Bereich von 10 bis 30 bar, der Druck am Auslaß der ersten Heizzone in einem Bereich von 5 bis 27 bar und der Druck am Auslaß der zweiten Heizzone in einem Bereich von 0,1 bis 7 bar. Der Druck in der Trennzone liegt zweckmäßig ebenfalls in einem Bereich von 0,1 bis 7 bar.

Das Verhältnis von Dampf zu Flüssigkeit des Verdünnungsmittels am Einlaß der ersten Heizzone kann im Bereich von 0% liegen, fällt jedoch vorzugsweise in einen Bereich von 0 bis 20%. Das Verhältnis von Dampf zu Flüssigkeit des Verdünnungsmittels am Auslaß der ersten Heizzone kann auf so hohe Werte wie etwa 80% anwachsen. Die Betriebsbedingungen von beiden Heizzonen sollten so geregelt werden, daß das Verhältnis von Dampf zu Flüssigkeit des Verdünnungsmittels am Auslaß der zweiten Heizzone im wesentlichen 100% ausmacht.

Es ist erwünscht, daß die Temperaturen der ersten und zweiten Heizzone den Erweichungspunkt der festen Polymerteilchen in der Polymeraufschlammung um nicht mehr als 50°C überschreiten. Die untere Grenze dieser Temperaturen kann je nach der Art des Verdünnungsmittels bestimmt werden, so daß die abgetrennten, festen Polymerteilchen in einem gut getrockneten Zustand erhalten werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann vorteilhaft auf Schnelltrocknenverfahren angewendet werden, bei welchem eine Polymeraufschlammung, die aus einem Verfahren zur Herstellung von Homopolymeren und Copolymeren der weiter oben angegebenen Art stammen, dadurch expandiert werden, daß der ursprünglich superatmosphärische Druck auf im wesentlichen Atmosphärendruck vermindert und das Verdünnungsmittel auf diese Weise von dem festen Polymeren abgetrennt wird, um im wesentlichen trockene, feste Polymerteilchen zu erhalten. Während der Herstellung des Polymeren wird im allgemeinen ein Mittel zum Suspensieren des Katalysators, wie Pentan, Hexan, Heptan, Benzol, Toluol oder Xylol verwendet. Außerdem wird häufig in der Katalysatorzersetzungsstufe, die auf die Polymerisationsstufe erfolgt, ein den Katalysator zersetzendes Mittel wie Propylenoxyd, Acetylacetan oder Isopropanol angewendet. Demgemäß kann das im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Verdünnungsmittel bis zu 20 Gew.-% an dem obgenannten Katalysatorsuspensionsmittel und/oder Katalysatorzersetzungsmitel enthalten.

Zur näheren Erläuterung der Erfindung wird diese nachstehend, unter Bezugnahme auf die Zeichnungen, an Hand von zwei bevorzugten Ausführungsformen beschrieben.

Gemäß Fig. 1 wird eine Polymeraufschlammung, die in einem unter Druck gehaltenen Aufschlammungsbehälter --1-- bereit gestellt wird, durch ein Abflußventil --2-- (das während des gesamten Vorganges der Aufarbeitung der Aufschlammung voll offen gehalten wird) nacheinander durch eine erste Heizzone --3-- (umfassend ein mit Dampfmantel versehenes Heizrohr von relativ kleinem Durchmesser) und eine zweite Heizzone --4-- (umfassend ein mit Dampfmantel versehenes Heizrohr von relativ großem Durchmesser) geführt und wird dann in eine Trennzone (z. B. einen Zyklon) --5-- eingebracht. Die abgetrennten, festen Polymerteilchen werden dann über ein Zellenrad --6-- in eine Abzugsleitung --8-- abgezogen. Das in der ersten und zweiten Heizzone --3 bzw. 4-- abgedampfte Verdünnungsmittel wird hingegen unmittelbar durch eine Abzugsleitung --9-- einem separaten Wiedergewinnungsverfahren zugeführt.

Wie aus Fig. 1 ersichtlich, ist die erste Heizzone --3-- vorzugsweise mit einer Zuführungsleitung --10-- für Wasserdampf versehen, die zum Einleiten von Wasserdampf in ihren Dampfmantel dient und ein das Strömen von Wasserdampf regulierendes Regelventil --7--; einen Kondensstopp --11-- (steam trap) zum Abtrennen des in ihrem Mantel produzierten Wasserdampfkondensates und eine damit verbundene Abflußleitung --12-- für das Wasserdampfkondensat aufweist. In gleicher Weise ist die zweite Heizzone --4-- mit einer Zuführungsleitung --13-- für Wasserdampf versehen, die zum Einleiten von Wasserdampf in ihren Dampfmantel dient und ein Einlaßventil --14-- für Wasserdampf, einen Kondensstopp --15-- zum Abtrennen des in ihrem Mantel produzierten Wasserdampfkondensates und eine Abflußleitung --16-- für Wasserdampfkondensat aufweist. Das in der Zuführungsleitung --13-- für Wasserdampf installierte Einlaßventil --14-- für den Wasserdampf wird während des gesamten Vorganges der Aufarbeitung der Aufschlammung offen gehalten und wird selbst dann nicht betätigt, wenn es erwünscht ist, die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung zu variieren.

Im Gegensatz hierzu wird das das Strömen des Wasserdampfes regulierendes Regelventil --7-- entsprechend der gewünschten Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung manipuliert. Dies heißt, daß die Strömungsgeschwindigkeit des in die erste Heizzone --3-- eingeleiteten Wasserdampfes so lange reguliert wird, bis die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung auf den vorbestimmten Stand eingestellt ist.

Fig. 2 zeigt die Beziehung zwischen der in den Dampfmantel der ersten Heizzone --3-- eingeleiteten Menge an Wasserdampf und der Strömungsgeschwindigkeit der durch die erste Heizzone --3-- hindurchgeführten Polymeraufschlammung, u. zw. auf Grund von Daten, die in verschiedenen Durchgängen erhalten wurden, die weiter unten in Beispiel 1 näher beschrieben sind. Diese Daten zeigen, daß die beobachtete Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung bei voll geöffnetem, die Strömungsgeschwindigkeit des Wasserdampfes regulierenden Regelventil --7-- auf etwa 50% jener Strömungsgeschwindigkeit vermindert wird, wenn in den Dampfmantel der ersten Heizzone --3-- kein Wasserdampf eingeleitet wird.

Fig. 3 erläutert eine zweite Ausführungsform der Erfindung, bei welcher an Stelle des das Einströmen von Wasserdampf regulierenden Regelventils --7-- die Strömungsgeschwindigkeit von in den Dampfmantel der ersten Heizzone --3-- eingeleitetem Wasserdampf unmittelbar reguliert wird. Die erste Heizzone ist dabei in eine Vielzahl von getrennten Heiz-Subzonen von relativ kleinem Durchmesser unterteilt, wobei die Menge des in der ersten Heizzone verdampften Verdünnungsmittels dadurch geregelt wird, daß man die für eine Wärmeübertragung zur Verfügung stehende Oberfläche variiert. Im einzelnen ist die Vorrichtung gemäß Fig. 3 ähnlich wie jene gemäß Fig. 1, mit der Ausnahme, daß die erste Heizzone --3-- durch fünf getrennte, gleich große Heiz-Subzonen --30-1 bis 30-5-- ersetzt ist. In diese getrennten Heiz-Subzonen --30-1 bis 30-5-- wird Wasserdampf durch eine Hauptzuführungsleitung --20-- für Wasserdampf mittels des Einströ-

men von Wasserdampf regulierenden Solenoidventilen --21-1 bis 21-5-- in die betreffenden Dampfmanöteleingeletet, und kondensierter Wasserdampf wird aus den Kondensstöpfen --22-1 bis 22-5-- abgezogen. In der zweiten Heizzone --30-6-- wird Wasserdampf durch ein Einlaßventil --21-6-- für Wasserdampf in deren Dampfmanötel eingeleitet, wobei das Einlaßventil --21-6-- für Wasserdampf während des gesamten Vorganges der Übertragung der Aufschlammung auf einem vorbestimmten Öffnungsstand gehalten wird; das Wasserdampfkondensat wird von einem Kondensstopf --22-6-- abgezogen. Ist eine maximale Strömungsgeschwindigkeit der durch die unterteilte erste Heizzone strömenden Polymeraufschlammung erwünscht, dann müssen alle Solenoidventile --21-1 bis 21-5-- geschlossen werden. Vermindert sich die für die Polymeraufschlammung erwünschte Strömungsgeschwindigkeit, so werden die Solenoidventile --21-1 bis 21-5-- nacheinander geöffnet. Sind alle diese Ventile geöffnet, so ist die Strömungsgeschwindigkeit von in die erste Heizzone eingeleitetem Wasserdampf maximal und demgemäß ist die Strömungsgeschwindigkeit der durch die erste Heizzone fließenden Polymeraufschlammung minimal. Die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung wird daher stufenweise dadurch geregelt, daß die für eine Wärmeübertragung zur Verfügung stehende Oberfläche der ersten Heizzone variiert wird. Je größer die Anzahl von getrennten Heiz-Subzonen ist, desto genauer kann die Strömungsgeschwindigkeit der Polymeraufschlammung geregelt werden.

Wie vorstehend bereits beschrieben wurde, ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren eine Regelung der Strömungsgeschwindigkeit einer Polymeraufschlammung über einen weiten Bereich. Hat sich daher die Menge der zu behandelnden Polymeraufschlammung aus betriebsbedingten Gründen geändert, so kann die der Polymeraufschlammung zugeführte Wärmemenge während des Vorganges der Aufarbeitung der Aufschlammung entsprechend geregelt werden. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es daher, eine Polymeraufschlammung von dem Aufschlammungsbehälter durch eine erste und eine zweite Heizzone zu einer Trennzone zu übertragen und kontinuierlich im wesentlichen trockene, feste Polymerteilchen und Verdünnungsmitteldampf aus der Trennzone abzuführen.

Außerdem erfordert das erfindungsgemäße Verfahren wegen der kontinuierlichen (d.h. nicht intermittierenden) Aufarbeitung der Polymeraufschlammung und im Hinblick auf die hohe Betriebswirksamkeit der Heizzonen nur eine kleine Vorrichtung und kann daher wirtschaftlicher arbeiten als übliche Verfahren, bei denen eine intermittierende Aufarbeitung der Polymeraufschlammung stattfindet. Außerdem wird im Gegensatz zu üblichen Verfahren, bei denen ein intermittierend betätigtes Ventil zur Anwendung gelangt, Verdünnungsmitteldampf kontinuierlich einem Wiedergewinnungsverfahren zugeführt, wodurch das Wiedergewinnungsverfahren ohne Unterbrechung im Zustrom durchgeführt und der Bernähigungsbehälter zum Absorbieren pulsierender Strömungen kleiner bemessen werden kann.

Die nachfolgenden Beispiele dienen zur näheren Erläuterung der Erfindung.

Beispiel 1: Dieses Beispiel wird unter Bezugnahme auf Fig. 1 beschrieben.

- a) Herstellung der Aufschlammung: Eine Katalysatorsuspension, bestehend aus 0,15 kg/h Titantrichlorid, 0,3 kg/h Diäthylaluminiumchlorid und 19 kg/h Heptan, wurde zu 869 kg/h Propylen (enthaltend 6 Gew.-% Propan) hinzugefügt, wodurch das letztgenannte zu 522 kg/h Polypropylen polymerisiert wurde. Zu der so erhaltenen Polymeraufschlammung wurden zur Zersetzung der Katalysatoren 6 kg/h Isopropanol und 8 kg/h Propylenoxyd gegeben. Die Polymerisation und die Zersetzung der Katalysatoren wurden bei einer Temperatur von 60°C und einem Druck von 24 bar durchgeführt.
- b) Erfindungsgemäßes Verfahren: Die erhaltene Polypropylenaufschlammung (mit einem Gehalt von 58 Gew.-% festen Polypropylenflocken) wurde kontinuierlich von dem Aufschlammungsbehälter --1-- durch ein voll geöffnetes Abflußventil --2-- zuerst in eine Heizzone --3-- mit einem Rohr mit Dampfmanötel von etwa 0,9 cm Innendurchmesser und 30 m Länge und dann in eine zweite Heizzone --4-- mit einem Rohr mit Dampfmanötel von etwa 1,9 cm Innendurchmesser und 40 m Länge geleitet, wobei in den Dampfmanötel jeder Heizzone unabhängig voneinander Wasserdampf mit einem Druck von 2 bar und einer Temperatur von 135°C eingeleitet wurde, und anschließend in eine Trennzone --5-- geführt, die einen Zyklonscheider umfaßte und deren Auslaß auf einem Druck von 0,4 bar gehalten wurde. Getrocknetes Polypropylenpulver wurde von dem es begleitenden Propylen dampf getrennt und dann durch einen Rotaryhahn --6-- abgezogen, wobei der Propylen dampf kontinuierlich durch eine Abzugsleitung --8-- einem getrennten Wiedergewinnungsverfahren zugeführt wurde.

Während des oben beschriebenen Vorganges wurde das in der zum Dampfmanötel der zweiten Heizzone --4-- führenden Dampfzufuhrleitung vorhandene Dampf einlaßventil --14-- voll offen gehalten. Andererseits wurde die Strömungsgeschwindigkeit des in den Dampfmanötel der ersten Heizzone --3-- eingeleiteten Wasserdampfes dadurch reguliert, daß der Öffnungsgrad eines das Einströmen von Wasserdampf regulierenden Regelventils --7-- variiert wurde. Die in einer Reihe von Durchgängen beobachteten Strömungsgeschwindigkeiten der Polypropylenaufschlammung sind in Fig. 2 angeführt.

Bei diesem Beispiel konnte die Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung über einen Bereich von 500 bis 1000 kg/h geregelt werden. Der restliche, flüchtige Anteil im Polypropylenpulver, das aus der Abzugsleitung --8-- gesammelt wurde, betrug 0,15 Gew.-%.

Kontrollprobe 1: Die gleiche Polypropylenaufschlammung wie in Beispiel 1 wurde durch ein Ventil mit V-förmigem Durchströmungskanal, Durchmesser 19,050 mm (nominell), in eine Heizzone geleitet, deren stromabwärtiges Ende auf einem Druck von 0,4 bar gehalten wurde. Die Heizzone umfaßte ein doppeltes Rohr mit 1,9 cm Innendurchmesser und 40 m Länge. Dieses Rohr wurde dadurch erhitzt, daß man in seinem Dampfmantel Wasserdampf mit einem Druck von 2 bar und einer Temperatur von 135°C leitete. Die Beziehung zwischen dem Öffnungsgrad des Ventils mit V-förmigem Durchströmungskanal und der Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung ist in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1

Öffnungsgrad des V-Ventils, %	Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung, kg/min
100	19,5
50	19,5
20	18,0

Aus den in Tabelle 1 angeführten Daten ist zu erkennen, daß die Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung fast unverändert bleibt, wenn der Öffnungsgrad des V-Ventils variiert wurde.

Tabelle 2 zeigt die Resultate einer Reihe von Versuchen, bei welchen mehrere Öffnungen von unterschiedlichem Durchmesser an Stelle des V-Ventils eingesetzt wurden. Aus den in Tabelle 2 angeführten Daten ist zu erkennen, daß die Strömungsgeschwindigkeit ganz geringfügig abnahm, u. zw. selbst dann, wenn eine Öffnung mit 7 mm Durchmesser eingesetzt wurde. Ein Versuch mit einer Öffnung von 5 mm Durchmesser mußte abgebrochen werden, weil die Öffnung unmittelbar nach Versuchsbeginn mit Polymerteilchen verstopft war.

Tabelle 2

Durchmesser der Öffnung, mm	Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung, kg/min
keiner	19,5
10	19,3
7	17,3

Beispiel 2: Dieses Beispiel wird unter Bezugnahme auf Fig. 3 beschrieben. Eine Polypropylenaufschlammung mit einem Gehalt an 45 Gew.-% Polypropylenteilchen in Propylen wurde in einem auf einer Temperatur von 40°C und einem Druck von 14 bar gehaltenen Aufschlammungsbehälter --1-- bereit gestellt. Die Polypropylenaufschlammung wurde kontinuierlich von dem Aufschlammungsbehälter --1-- durch ein voll geöffnetes Ventil --2-- in eine erste, in fünf separate Subzonen --30-1 bis 30-5-- aufgeteilte Heizzone geleitet. Anschließend wurde die Aufschlammung durch eine zweite Heizzone --30-6-- geführt und dann in eine Trennzone --5-- eingebracht, die einen auf einem Druck von 0,3 bar gehaltenen Zyklonscheider umfaßte. Jede der getrennten Heiz-Subzonen --30-1 bis 30-5-- umfaßte ein Rohr mit Dampfmantel von etwa 2,5 cm Innendurchmesser und 16 m Länge, und die zweite Heizzone --30-6-- umfaßte ein Rohr mit Dampfmantel von etwa 3,75 cm Innendurchmesser und 60 m Länge. Wasserdampf mit einem Druck von 1,4 bar wurde von einer Hauptzufuhrleitung --20-- für Wasserdampf zugeführt und auf die getrennten Subzonen --30-1 bis 30-5-- und auf die zweite Heizzone mittels handbetätigter Ventile --21-1 bis 21-5-- und eines Auf-Zu-Ventils --21-6-- verteilt.

Das Auf-Zu-Ventil --21-6-- wurde während jedes Durchganges voll offen gehalten. Im Gegensatz hierzu waren die händisch betätigten Ventile --21-1 bis 21-5--, die jeweils zu den betreffenden getrennten Heiz-Subzonen gehören, entweder voll offen oder ganz zu. Tabelle 3 zeigt die Beziehung zwischen der Anzahl von separaten, mit Wasserdampf beschickten Heiz-Subzonen und der Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung.

Das getrocknete Polypropylenpulver wurde über einen Rotaryhahn --6-- abgezogen, und der Dampf des Verdünnungsmittels wurde kontinuierlich nach oben durch eine Abzugsleitung --9-- abgezogen und einem Wiedergewinnungsverfahren zugeführt.

Tabelle 3

Anzahl von getrennten, mit Dampf beschickten Heiz-Subzonen	Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung, t/h	Temperatur des erhaltenen Polypropylens, °C	Gehalt flüchtiger Anteile im erhaltenen Polypropylen, Gew.-%
5	4,9	120	0,05
3	7,5	110	0,10
0	10,3	95	0,18

5 Bei allen Versuchen betrug der Gehalt an flüchtigen Anteilen im Polypropylenpulver, das aus der Abzugsleitung --8-- erhalten wurde, höchstens 0,2 Gew.-%, woraus geschlossen werden kann, daß sich das Pulver in einem gut getrockneten Zustand befand.

Kontrollprobe 2: Die gleiche Polypropylenaufschlammung wie in Beispiel 1 wurde in eine Heizzone geleitet, deren stromabwärtiges Ende auf einem Druck von 0,3 bar gehalten wurde. Die Heizzone umfaßte 10 zehn in Reihe geschaltete Rohre mit Dampfmantel von etwa 1,9 cm Innendurchmesser und 4 m Länge. Wasserdampf mit einem Druck von 2 bar und einer Temperatur von 135°C wurde durch handbetätigte Ventile in die Dampfmäntel der einzelnen Rohre eingeleitet. Die handbetätigten Ventile wurden so manipuliert, daß jeweils nur eine gewünschte Anzahl von Rohren mit Dampf beschickt wurde. Die Tabelle 4 zeigt die Beziehung zwischen der Anzahl von mit Wasserdampf beschickten Rohren und der Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung.

Tabelle 4

Anzahl von mit Wasserdampf beschickten Rohren	Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung, kg/min	Temperatur des erhaltenen Polypropylens, °C
10	19,5	125
8	19,9	118
6	21,5	95
4	26,0	60

Bei abnehmender Anzahl der mit Wasserdampf beschickten Rohre nahm die Strömungsgeschwindigkeit der Polypropylenaufschlammung zu, doch nahm die Temperatur des erhaltenen Polypropylens ab. Wurden nur vier Rohre mit Wasserdampf beschickt, so belief sich der Gehalt an flüchtigen Anteilen im erhaltenen 20 Polypropylen auf den hohen Wert von 3,0 Gew.-%.

Beispiel 3: Eine Polyäthylenaufschlammung mit einem Gehalt an 40 Gew.-% Polyäthylenteilchen in Isobutan wurde in einem Aufschlammungsbehälter bereit gehalten, der auf einer Temperatur von 80°C und einem Druck von 16 bar gehalten wurde. Unter Verwendung der Vorrichtung gemäß Beispiel 1 wurde die Polyäthylenaufschlammung kontinuierlich und auf die gleiche Weise durch die Vorrichtung geleitet wie in 25 Beispiel 1 beschrieben. Es wurde beobachtet, daß dann, wenn kein Wasserdampf in den Dampfmantel der ersten Heizzone --3--, bei vollständig geschlossenem Ventil --7--, geleitet wurde, die Strömungsgeschwindigkeit der Polyäthylenaufschlammung 1200 kg/h betrug, während dann, wenn bei voll geöffnetem

Ventil --7-- 4,0 kg/h Wasserdampf eingeleitet wurden, die Strömungsgeschwindigkeit der Polyäthylenaufschlammung 500 kg/h betrug und bei halb geöffnetem Ventil --7-- die Strömungsgeschwindigkeit der Polyäthylenaufschlammung einen Zwischenwert aufwies.

Andersseits wurde bei jedem Durchgang das Einlaßventil --14-- für Wasserdampf voll offen gehalten, so daß stets Wasserdampf in den Dampfmantel der zweiten Heizzone --4-- geleitet wurde.

Bei allen Durchgängen lag die Temperatur des aus der Leitung --8-- erhaltenen Polyäthylens in einem Bereich von 80 bis 120°C und der Gehalt an flüchtigen Anteilen lag in einem Bereich von 0,1 bis 0,4 Gew.-%. Es wurde kein Verstopfen der Heizzonen beobachtet.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Aufarbeitung einer Polymeraufschlammung, bestehend aus festen Polymerteilchen und wenigstens einem Verdünnungsmittel aus einer inerte Kohlenwasserstoffe und inerte halogenierte Kohlenwasserstoffe umfassenden Gruppe, bei welchem die Polymeraufschlammung in einem Aufschlammungsbehälter bereit gehalten wird, der auf einem genügend hohen überatmosphärischen Druck gehalten wird, um das Verdünnungsmittel im flüssigen Zustand zu halten, und bei welchem die Polymeraufschlammung nacheinander durch eine erste, langgestreckte und mit einem Dampfmantel versehene Heizzone von relativ kleinem Durchmesser und eine zweite, langgestreckte und mit einem Dampfmantel versehene Heizzone mit einem größeren Durchmesser als jenem der ersten Heizzone geleitet wird, wobei sowohl die erste als auch die zweite Heizzone mit Heizmitteln erhitzt werden, die aus einer den Dampf eines Heizmediums und Wasserdampf umfassenden Gruppe ausgewählt sind, um das Verdünnungsmittel zu verdampfen, so daß es für den Transport der festen, getrockneten Polymerteilchen dienen kann, und bei welchem das Gemisch aus verdampftem Verdünnungsmittel und den festen, getrockneten Polymerteilchen in einer Trennzone eingebracht wird, um die festen Polymerteilchen von dem Dampf des Verdünnungsmittels abzutrennen, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymeraufschlammung kontinuierlich von dem Aufschlammungsbehälter in die erste Heizzone geleitet wird und daß die Strömungsgeschwindigkeit der durch die erste Heizzone fließenden Polymeraufschlammung dadurch geregelt wird, daß man die der ersten Heizzone durch das Heizmittel zugeführte Wärmemenge reguliert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturen der ersten und zweiten Heizzone den Erweichungspunkt des festen Polymeren um nicht mehr als 50°C überschreiten.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die der ersten Heizzone zugeführte Wärmemenge dadurch geregelt wird, daß man die Temperatur des Heizmittels variiert.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die der ersten Heizzone zugeführte Wärmemenge dadurch geregelt wird, daß man die Strömungsgeschwindigkeit des Heizmittels variiert.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die der ersten Heizzone zugeführte Wärmemenge dadurch geregelt wird, daß man die erste Heizzone in wenigstens zwei getrennte Heizsubzonen von gleichem Durchmesser aufteilt und daß man nur eine gewünschte Anzahl der getrennten Heizsubzonen erhitzt.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis des Innendurchmessers der ersten Heizzone zu dem der zweiten Heizzone in einem Bereich von 1 : 1,2 bis 1 : 3,0 gehalten wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Länge der ersten bzw. zweiten Heizzone jeweils 400 bis 6000mal so groß wie der Durchmesser der betreffenden Heizzone gehalten wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine Polymeraufschlammung eingesetzt wird, die ein durch Polymerisieren von wenigstens einem Monomeren aus der Mono-1-olefine mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen und Vinylchlorid umfassenden Gruppe erhaltenes Produkt enthält.
9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Verdünnungsmittel wenigstens eine Verbindung aus der Propan, Propylen, Butan, Buten, Vinylchlorid und Methylchlorid umfassenden Gruppe eingesetzt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Verdünnungsmittel eingesetzt wird, das höchstens 20 Gew.-% von wenigstens einer Komponente aus der ein Suspendiermittel für Polymerisationskatalysatoren und ein Zersetzungsmittel für Polymerisationskatalysatoren umfassenden Gruppe, welche Komponenten aus der Herstellung der Aufschlammung der festen Polymerteilchen stammen, enthält.
11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Strömungsgeschwindigkeit der festen Polymeraufschlammung am Einlaß der ersten Heizzone in einem Bereich von 3 bis 20 m/s und die Strömungsgeschwindigkeit des Gemisches aus festem Polymeren und verdampftem Verdünnungsmittel am Auslaß der zweiten Heizzone in einem Bereich von 14 bis 150 m/s gehalten werden.

12. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Drücke am Einlaß bzw. am Auslaß der ersten Heizzone in einem Bereich von 10 bis 30 bar bzw. in einem Bereich von 5 bis 27 bar gehalten werden, und daß der Druck am Auslaß der zweiten Heizzone in einem Bereich von 0,1 bis 7 bar gehalten wird.

5 13. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine aus Polyäthylen und Isobutan zusammengesetzte Polymeraufschlammung eingesetzt wird.

14. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine aus Polypropylen und Propylen zusammengesetzte Polymeraufschlammung eingesetzt wird.

(Hierzu 1 Blatt Zeichnungen)